

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-195195
 (43)Date of publication of application : 29.08.1986

(51)Int.CI. C10M173/02
 //C10M173/02
 C10M103:02
 C10M105:14
 C10M135:08
 C10M129:40
 C10M145:40)
 C10N 30:00
 C10N 40:24
 C10N 50:02

(21)Application number : 60-035347

(71)Applicant : NIPPON STEEL CHEM CO LTD
 NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 26.02.1985

(72)Inventor : OKITA SATORU
 WATANABE KAZUO
 UCHIDA HIDE
 TAKENAKA HIDEO

(54) LUBRICANT COMPOSITION FOR HIGH-TEMPERATURE USE

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a lubricant composition for high-temperature use, containing graphite powder, a polyhydric alcohol, and a water-soluble or water-dispersible fatty acid derivative at specific ratios, and suitable for the hot working such as the rolling, forging and drawing of steel, extrusion of aluminum and copper, drawing of tungsten and molybdenum, etc.

CONSTITUTION: The objective lubricant composition is composed of (A) 100 pts.(wt.) of graphite powder having a purity of usually $\geq 75\%$ and an average particle diameter of preferably $0.3W30\mu$, (B) 2W40pts. of a polyhydric alcohol (preferably polypropylene glycol, polyethylene oxide, etc.) and (C) 1W30pts. of a water-soluble or water-dispersible fatty acid derivative (e.g. fatty acid soap, fatty acid ethylene glycolide sulfuric acid ester salt, etc.). A vinyl (co) polymer can be used as the third component for the further improvement of the film-forming property, water-resistance, strength, etc.

USE: Suitable especially for the hot rolling of seamless steel pipe.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
 examiner's decision of rejection or application converted
 registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
 rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of
 rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開
⑪ 公開特許公報 (A) 昭61-195195

⑫ Int. Cl. 4 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 昭和61年(1986)8月29日
C 10 M 173/02 8217-4H※
審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 高温用潤滑剤組成物

⑮ 特願 昭60-35347
⑯ 出願 昭60(1985)2月26日

⑰ 発明者 大北哲 川崎市中原区木月大町76
⑱ 発明者 渡辺和夫 北九州市八幡東区枝光1-1-1 新日本製鐵株式会社第三技術研究所内
⑲ 発明者 内田秀 北九州市八幡東区枝光1-1-1 新日本製鐵株式会社第三技術研究所内
⑳ 発明者 竹中英雄 川崎市中原区上新城1-4-8
㉑ 出願人 新日鐵化学株式会社 東京都中央区銀座5丁目13番16号
㉒ 出願人 新日本製鐵株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番3号
㉓ 代理人 弁理士 成瀬勝夫 外2名

最終頁に続く

明細書

1. 発明の名称

高温用潤滑剤組成物

2. 特許請求の範囲

(1) 黒鉛粉末100重量部と、多価アルコール類2~40重量部と、水溶性又は水分散性脂肪酸誘導体1~30重量部とを含有することを特徴とする高温用潤滑剤組成物。

(2) 第三成分として水溶性又は水分散性のビニル系重合体又は共重合体を含有する特許請求の範囲第1項記載の高温用潤滑剤組成物。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は、鉄の圧延、鍛造あるいは引抜き、アルミニウムや銅の押出し、タンクステンやモリブデンの引抜き等の各種の金属や合金の熱間加工、特にシームレス鋼管の熱間圧延等に好適な高温用潤滑剤組成物に関する。

(従来の技術)

従来、この種の潤滑剤組成物としては、鉛油や

重油、潤滑油、グリース又はこれらに黒鉛粉末や二硫化モリブデン等の固体潤滑剤等を混合したものの、あるいは、アルカリ金属硫酸塩、ホウ酸塩、塩化カリウム、ナトリウムトリニアセテート、黒鉛粉末及び必要に応じて添加される助剤とからなる微粉末混合物を水性分散液としたもの等が知られている。

しかしながら、前者の潤滑剤組成物には、熱的に不安定であって使用の際に油の分解が起こり、工具や加工物に惡影響を与えるほか、油や油の分解物が作業環境を著しく汚染するという問題があり、また、後者の潤滑剤組成物には、前者の如き問題は少ないが、特にシームレス鋼管の製造等において満足し得る性能を発揮し得ないという問題があつた。

そこで、本発明者等は、かかる従来の潤滑剤組成物における問題点を解決し得るものとして、先に、黒鉛粉末とグリコール類とを主体とした高温用潤滑剤組成物(特開昭58-47096号公報)等を提案した。

特開昭61-195195(2)

(発明が解決しようとする問題)

先に本発明者等が提案した高温用潤滑剤組成物は、作業環境を汚染する事なく、また、高温において優れた潤滑性能を発揮する、という点で一応の成果を達成したが、使用時における作業性が悪く、特にシームレス鋼管を製造した際における製品鋼管の品質の点で問題があった。

(問題点を解決するための手段)

本発明は、かかる観点に鑑みて創案されたもので、黒鉛粉末と多価アルコール類とを主体とすることにより潤滑性能を維持すると共に、水溶性又は水分散性脂肪酸誘導体を併用することにより、作業性及び塗膜の均一性が大幅に向上了し、また、圧延時において優れた燃焼特性を有し、特にシームレス鋼管を製造した際における製品鋼管の品質、例えば内面性状の極めて良好な鋼管を製造することができる高温用潤滑剤組成物を提供するものである。

すなわち、本発明は、黒鉛粉末100重量部と、多価アルコール類2~40重量部と、水溶性又は

3価アルコール類や、ベンタエリスリトール等の4価アルコール類等を挙げることができ、好ましくは良好な結果を与える前者のグリコール類である。これらの多価アルコール類は、それを単独で使用してもよく、また、2種以上を組合せた混合物として使用してもよい。

また、本発明で使用される水溶性又は水分散性脂肪酸誘導体としては、脂肪酸石鹼や、脂肪酸エチレングリコールド硫酸エステル塩、脂肪酸モノグリセリド硫酸エステル塩、脂肪酸多価アルコール硫酸エステル塩、硫酸化油(ロート油)、高度硫酸化油、脂肪酸アルキル硫酸エステル塩、脂肪酸アミド硫酸エステル塩、脂肪酸アニリド硫酸エステル塩、脂肪酸モノアルカノールアミド硫酸エステル塩等の脂肪酸硫酸エステル塩や、 α -スルホ脂肪酸塩、スルホエタノール脂肪酸エステル塩、脂肪酸アミドスルホン酸塩等の脂肪酸スルホン酸塩や、脂肪酸ポリエチレンポリアミド等の脂肪酸第4NH₃塩や、脂肪酸トリエタノールアミン塩、トリオキシエチレン脂肪酸トリエタノール

水分散性脂肪酸誘導体1~30重量部とを含有する高温用潤滑剤組成物である。

本発明において使用される黒鉛粉末は、それが天然品であってもよく、また、合成品であってもよい。この黒鉛粉末としては、少なくとも75%以上の純度のもので、平均粒径100μ以下、好ましくは0.3~30μのものが使用される。

また、本発明で使用される多価アルコール類としては、エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、 α -ブチレングリコール、 β -ブチレングリコール、テトラメチレングリコール、ベンタメチレングリコール、ヘキサメチレングリコール、ビナコール等のアルキレングリコールや、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール等のポリグリコールや、ポリエチレングリコール、ポリエチレンオキサイド、ポリプロピレングリコール等のアルキレングリコールの組合体又は共重合体であるポリアルキレングリコール等のグリコール類を挙げることができ、また、3-メチルベンタノン-1,3,5-トリオール等の

アミン、脂肪酸ジブチルアミノエタノール等の脂肪酸のエステル結合アミン及びエーテル結合を有する第4NH₃塩や、ポリオキシエチレン化ヒマシ油、ポリオキシエチレンモノ脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンジ脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタンモノ脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタンジ脂肪酸エステル、ポリオキシエチレントリ脂肪酸エステル等のポリオキシエチレン系脂肪酸エステルや、プロピレングリコールモノ脂肪酸エステル、ジエチレングリコールモノ脂肪酸エステル、グリセリンモノ脂肪酸エステル、ベンタエリトリットモノ脂肪酸エステル、ソルビタンモノ脂肪酸エステル、脂肪酸モノエタノールアミド等の多価アルコール系及びアルキロールアミド系脂肪酸や、天然油脂の各種誘導体等を挙げができる。また、脂肪酸誘導体で水に溶解若しくは分散しないようなものでも、本発明のような各成分の混合物系で均一に分散し得るものであれば、本発明にいう水溶性

特開昭61-195195(3)

又は水分散性脂肪酸誘導体の範囲に入るものである。上記各脂肪酸誘導体は、単独で使用してもよく、また、2種以上を組合せた混合物として使用してもよい。

本発明において、上記各成分の配合割合は、黒鉛粉末100重量部に対して、多価アルコール類が2~40重量部、好ましくは5~30重量部であり、また、水溶性又は水分散性脂肪酸誘導体が1~30重量部、好ましくは1~20重量部である。黒鉛粉末100重量部に対する多価アルコール類の使用量が2重量部より少ないと潤滑性能に劣り、また、40重量部より多いと発煙が認められる。また、黒鉛粉末100重量部に対する水溶性又は水分散性脂肪酸誘導体の使用量が1重量部より少ないと塗布性に劣り、また、塗膜が不均一であり、反対に、30重量部より多いと塗膜強度が強く、発煙が認められる。

本発明の高温用潤滑剤組成物は、水中に分散させて潤滑剤水分散液として使用する場合が多く、使用時の固形分濃度については、通常5~40重量部

前者の目的、すなわち、塗膜の形成性や耐水性及びその強度を更に向上させるために使用し得る第三成分としてはビニル系重合体又は共重合体を挙げることができ、具体的には、アクリル樹脂、酢酸ビニル樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレン等の各種樹脂エマルジョンや、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-エチルアクリレート共重合体、イソブチレン-無水マレイン酸共重合体、ポリアクリル酸、ステレン-無水マレイン酸共重合体等の各種の水溶性又は水分散性合成高分子等がある。これらのビニル系重合体又は共重合体は、単独で使用してもよく、また、2種以上を組合せた混合物として使用してもよい。このビニル系重合体又は共重合体を使用する場合におけるその使用量は、黒鉛粉末100重量部に対し5~40重量部、好ましくは5~30重量部である。

なお、黒鉛粉末とその他の有機化合物及び樹脂成分との配合割合は、黒鉛粉末100重量部に対して後者の10~70重量部、好ましくは10~50重量部である。その他の有機化合物及び樹脂

1%、好ましくは10~35重量%の範囲内に調製する。この固形分濃度の調製は、一旦高濃度、例えば30~50重量%に調製しておき、使用時に使用目的に応じた最適固形分濃度、例えば5~40重量%に稀めるようにしててもよい。この固形分濃度は、薄くなり過ぎると乾燥時間が長くなったり、形成される塗膜の膜厚が薄くなつて良好な潤滑性能を有することができなくなり、反対に、薄くなり過ぎると塗布し難くなる。

このようにして調製された潤滑剤水分散液は、この潤滑剤水分散液を熱間加工すべき金属の表面や、マンドレル、ダイス、ロール等の工具の表面に通常の方法で塗布し、これを乾燥させて上記金属や工具の表面に塗膜を形成させ、次いで熱間加工を行うことにより使用される。

また、本発明の高温用潤滑剤組成物においては、その潤滑剤組成物中に予め、あるいは、潤滑剤水分散液を調製する際に、塗膜の形成性や耐水性及びその強度を更に向上させる目的やその他の目的で、第三成分を添加することができる。

成分の配合割合が少ないと塗布性及び塗膜形成性に劣り、また、多いと発煙が多くなる。

また、その他の第三成分としては、例えば、アルカリやアンモニア等のpH調整剤、被膜安定剤、酸化防止剤、界面活性剤、増粘剤、消泡剤、消止め剤、乳化剤、極圧剤、腐食防止剤等の従来公知の添加剤を挙げることができる。これらの添加剤は必要に応じて添加され、潤滑剤組成物あるいは潤滑剤水分散液に対して各添加剤が有するそれぞれの特徴を付与することができる。

(実施例)

以下、実施例及び比較例に基づいて、本発明を具体的に説明する。

実施例1

平均粒径1μの土状黒鉛(純度88%)77重量%、ポリプロピレングリコール11.5重量%及びロート油11.5重量%を均一に混合して潤滑剤組成物を調製した。

この潤滑剤組成物を、黒鉛濃度が20重量%となるように、水に分散させて潤滑剤水分散液を調

特開昭61-195195(4)

製し、この潤滑剤水分散液を100℃に加熱した試験片（材質：SKD-61）上にスプレー塗布し、試験片の表面に膜厚30μの潤滑塗膜を形成した。

上記試験片を摩擦摩耗試験機に固定し、この試験片に19.5kgf/mm²の潤滑面圧力（潤滑面圧力）で圧接しながら回転する被圧延回転試験片温度を1,000℃に加熱し、両試験片の相対滑動速度1.5m/sec.の条件下における圧延開始3秒後の平均摩擦係数を求めた。得られた摩擦係数の値は0.04であつて良好であった。

次に、この実施例に係る潤滑剤水分散液を使用し、3スタンドモデル逆続ミルによる圧延を行い、潤滑性能を表わすスラスト係数を求め、また、圧延後の鋼管内面性状を観察した。得られたスラスト係数の値は0.025であり、鋼管内面性状は第1図の写真（注：写真の中で白く写っている部分は撮影用ライトの反射である。以下他の写真についても同様である。）に示すように良好であつた。

ポリプロピレンクリコールに代えてトリプロピレンクリコールを使用した以外は上記実施例1と同様にして潤滑剤組成物を調製し、実施例1と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は0.04であつて良好であった。

実施例6

ポリプロピレンクリコールの配合割合を19.2重量%とし、また、ロート油の配合割合を3.8重量%とした以外は上記実施例1と同様にして潤滑剤組成物を調製し、実施例1と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は0.04であつて良好であり、また、鋼管内面性状も良好であつた。

実施例7

ポリプロピレンクリコールに代えてポリエチレンクリコールを使用し、また、ロート油に代えてポリオキシエチレン化ヒマシ油を使用した以外は上記実施例1と同様にして潤滑剤組成物を調製し、実施例1と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は0.04であつて良好であつた。

実施例2

鉛粉末として平均粒径6μの人造鉛粉（純度99.9%）を使用した以外は上記実施例1と同様にして潤滑剤組成物を調製し、実施例1と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は0.04であつて良好であった。

実施例3

鉛粉末として平均粒径6μの天然鉛状黒鉛（純度98%）を使用した以外は上記実施例1と同様にして潤滑剤組成物を調製し、実施例1と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は0.04であつて良好であった。

実施例4

ロート油に代えてオレイン酸ナトリウムを使用した以外は上記実施例1と同様にして潤滑剤組成物を調製し、実施例1と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は0.04であつて良好であり、また、鋼管内面性状も良好であつた。

実施例5

り、また、鋼管内面性状も良好であつた。

実施例8

分散剤としてカルボキシメチルセルロース1.9重量%を添加した以外は上記実施例1と同様にして潤滑剤組成物を調製し、実施例1と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は0.04であり、スラスト係数の値は0.026であつて共に良好であつた。また、鋼管内面性状も第2図の写真に示すように良好であつた。

実施例9

ポリプロピレンクリコールに代えてベンタエリスリトールを使用した以外は上記実施例8と同様にして潤滑剤組成物を調製し、実施例1と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は0.04であり、スラスト係数の値は0.029であつて共に良好であつた。また、鋼管内面性状も良好であつた。

実施例10

上記土状黒鉛78.4重量%、ポリエチレンクリコール11.8重量%、ポリオキシエチレン化

特開昭61-195195(5)

ヒマシ油 4 重量%、第三成分としてアクリル樹脂 4 重量% 及び分散剤としてヒドロキシプロピルセルロース 1.8 重量% を均一に混合して潤滑剤組成物を調製した。この潤滑剤組成物について、実施例 1 と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は 0.04 であり、スラスト係数の値は 0.028 であって共に良好であった。また、鋼管内面性状も第 3 図の写真に示すように良好であった。

実施例 1-1

上記土状黒鉛 74.1 重量%、ポリアロビレングリコール 11.1 重量%、ロート油 3.7 重量%、第三成分としてアクリル樹脂とステレン-無水マレイン酸共重合樹脂の混合物 11.1 重量% を均一に混合して潤滑剤組成物を調製した。この潤滑剤組成物について、実施例 1 と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は 0.04 であり、スラスト係数の値は 0.026 であって共に良好であった。また、鋼管内面性状も良好であり、塗膜強度や塗膜の耐水性も良好であった。

4 図の写真に示すように不十分であった。

比較例 2

ポリエチレングリコールに代えてポリオキシエチレン化ヒマシ油を使用し、比較例 1 と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は 0.05 と高く、また、塗膜強度は弱かった。また、鋼管内面性状については第 5 図の写真に示すように不十分であった。

比較例 3

ポリエチレングリコールに代えてエチレン-酢酸ビニル共重合樹脂を使用し、比較例 1 と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は 0.06 であり、スラスト係数の値は 0.035 と高い値を示し、また、第 6 図の写真に示すように鋼管内面性状が不良であった。

比較例 4

上記土状黒鉛 80 重量% とアクリル樹脂 20 重量% を均一に混合し潤滑剤組成物を調製し、上記実施例 1 と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は 0.05 であり、スラ

た。

実施例 1-2

上記土状黒鉛 77 重量%、ポリエチレンオキサイド 7.7 重量%、ポリオキシエチレン化ヒマシ油 3.8 重量%、第三成分としてアクリル樹脂とエチレン-酢酸ビニル共重合樹脂の混合物 11.5 重量% を均一に混合して潤滑剤組成物を調製した。この潤滑剤組成物について、実施例 1 と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は 0.04 であり、スラスト係数の値は 0.021 であって共に良好であった。また、鋼管内面性状も良好であり、塗膜強度や塗膜の耐水性も良好であった。

比較例 1

上記土状黒鉛 77 重量% とポリエチレングリコール 23 重量% を均一に混合し潤滑剤組成物を調製し、上記実施例 1 と同様にしてその性能試験を行った。得られた摩擦係数の値は 0.04 であったが、潤滑剤水分散液の塗布が困難でその作業性が悪かった。また、鋼管内面性状については第

ト係数の値は 0.035 と高い値を示し、また、鋼管内面性状も不良であった。

(発明の効果)

本発明によれば、多価アルコール類に加えて水溶性又は水分散性脂肪酸誘導体を併用することにより、熱間加工に付される金属又は工具の表面に形成される塗膜の潤滑性能を向上させることができる。そのうえ、作業性に優れ、しかも、熱間加工時における発煙や臭気の発生が少なく、製品表面の品質、特にシームレス鋼管を製造した際ににおける製品鋼管（例えば鋼管内面）の品質向上を達成することができる。

4. 図面の簡単な説明

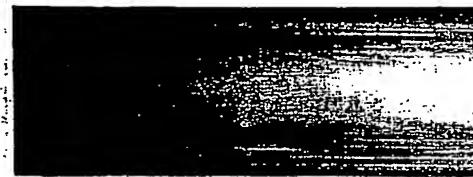
第 1～3 図は本発明に係る実施例 1、8 及び 10 の高溫用潤滑剤組成物を使用してモデル連結ミルにより圧延して得られた鋼管の内面性状を観察するため撮影された金属表面組織の顕微鏡写真、第 4～6 図は比較例 1～3 の潤滑剤組成物を使用した場合を示す上記各実施例と同様の顕微鏡写真である。

特開昭 61-195195 (6)

第 1 図



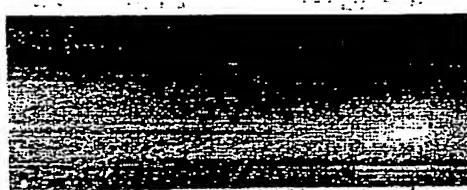
第 2 図



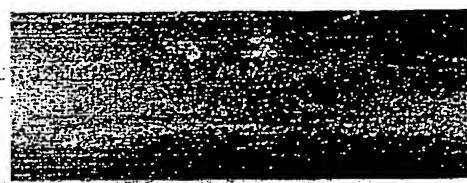
第 3 図



第 4 図



第 5 図



第 6 図



第1頁の続き

⑤Int. Cl.*	識別記号	厅内整理番号
//(C 10 M 173/02 103:02 105:14 135:08 129:40 145:40)		Z-8217-4H 8217-4H 2115-4H 8217-4H
C 10 N 30:00 40:24 50:02		A-8217-4H Z-8217-4H